

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-342892

(P2003-342892A)

(43)公開日 平成15年12月3日(2003.12.3)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テーマコード\*(参考)

D 2 1 H 13/26

D 2 1 H 13/26

4 L 0 5 5

D 2 1 D 1/20

D 2 1 D 1/20

D 2 1 H 15/02

D 2 1 H 15/02

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願2002-154993(P2002-154993)

(22)出願日 平成14年5月29日(2002.5.29)

(71)出願人 000004503

ユニチカ株式会社

兵庫県尼崎市東本町1丁目50番地

(72)発明者 山田 良尚

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ株式会社中央研究所内

(72)発明者 古川 幹夫

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ株式会社中央研究所内

(72)発明者 当麻 克行

京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ株式会社中央研究所内

最終頁に続く

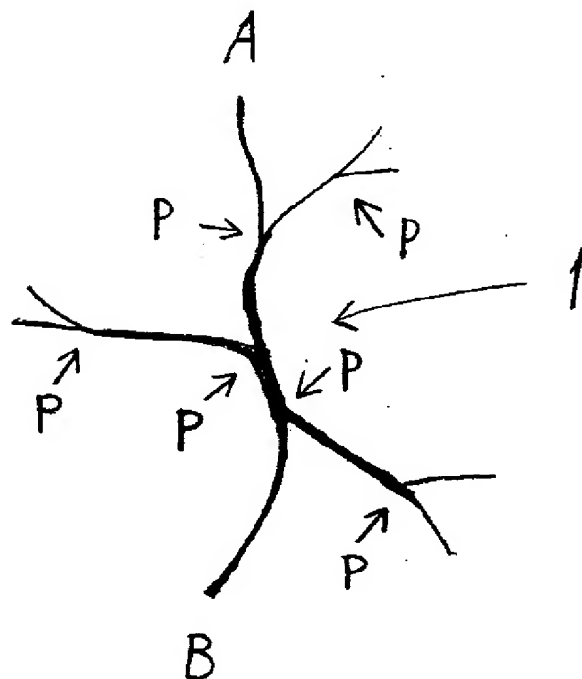
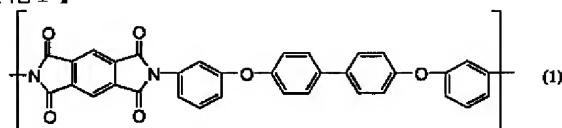
(54)【発明の名称】 抄造用ポリイミド短繊維及びその製造方法並びに抄造物

(57)【要約】

【課題】 ポリイミド短繊維からなる不織布や紙等の抄造物を得るに際し、特に薄手のポリイミド抄造物を得る場合でも地合いを良好なものとできる、相互に絡みやすく抄造用に適したポリイミド短繊維及びその製造方法、並びにそのようなポリイミド抄造物を提供する。

【解決手段】 下記構造式(1)で示される繰り返し単位を有するポリイミドからなる短繊維であって、繊維形状において分岐点が4個以上の枝分れ構造を有することを特徴とする抄造用ポリイミド短繊維。

【化1】

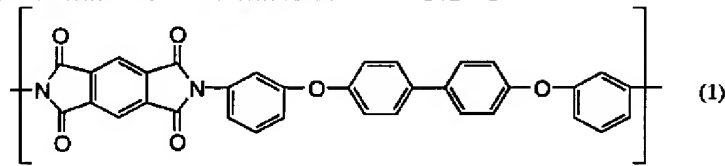


## 【特許請求の範囲】

【請求項1】下記構造式(1)で示される繰り返し単位を有するポリイミドからなる短繊維であって、繊維形状\*

\*において分岐点が4個以上の枝分れ構造を有することを特徴とする抄造用ポリイミド短繊維。

## 【化1】



【請求項2】上記構造式(1)で示される繰り返し単位を有するポリイミドを熔融紡糸及び熱延伸する工程1と、工程1で得られたポリイミド繊維をカットして短繊維化する工程2と、工程2で得られたポリイミド短繊維を分散媒に分散させてスラリー化する工程3と、工程3で得られたスラリーにせん断力をかけてポリイミド短繊維に枝分れ構造を発現させる工程4とを含んで構成されることを特徴とする請求項1に記載の抄造用ポリイミド繊維の製造方法。

【請求項3】請求項1に記載の抄造用ポリイミド短繊維を用いてなる抄造物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリイミド不織布やポリイミド紙の抄造に好適な抄造用ポリイミド短繊維に関する。

## 【0002】

【従来の技術】芳香族ポリイミドは、合成樹脂の中で最高レベルの耐熱性を有し、これに加えて優れた機械特性、摺動特性、耐薬品性を有していることから、種々形態に加工されて使用されている。中でも電気、電子分野もしくは宇宙、航空分野における用途開発が盛んであり、ポリイミド成形品もしくはそのプリプレグとして、主にポリイミド短繊維を加工して得られる不織布もしくは紙の形態としての利用が大いに試みられている。

【0003】一般に短繊維を不織布や紙等の形態として利用する場合には、その地合いを均一にするうえで、また、強度を付与するうえで、場合短繊維同士の絡み合いが重要である。短繊維同士が絡みにくい場合には、別途※

10※パルプ状の成分を添加することが行われているが、異種の成分を添加することは好ましくない場合も多い。ポリイミド不織布の利用において、特にプリント基板等に用いられる目付けの小さい薄手のポリイミド不織布では、短繊維同士の絡み合いによる地合いの良好さが厳しく要求されている。このため、相互に絡みやすく抄造に適したポリイミド短繊維が求められていた。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明の課題は、ポリイミド短繊維からなる不織布や紙等の抄造物を得るに際し、特に薄手のポリイミド抄造物を得る場合でも地合いを良好なものとできる、相互に絡みやすく抄造に適したポリイミド短繊維及びその製造方法、並びにそのようなポリイミド抄造物を提供することにある。

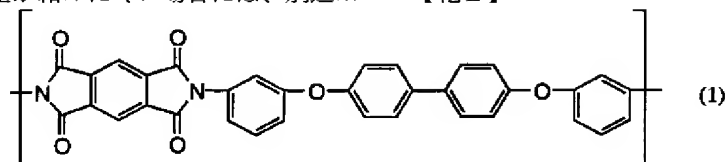
## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を解決すべく、特定の化学構造を有する結晶性熱可塑性ポリイミドに着目し、これを短繊維化して絡みやすい形状とするために鋭意検討を行い、延伸して結晶化度を高めたポリイミド短繊維を水分散させた後にリファイナー処理することにより、絡みやすい枝別れ構造を発現させることに成功し、本発明を完成するに至った。

【0006】すなわち、本発明は、第一に、下記構造式(1)で示される繰り返し単位を有するポリイミドからなる短繊維であって、繊維形状において分岐点が4個以上の枝分れ構造を有することを特徴とする抄造用ポリイミド短繊維を要旨とする。

## 【0007】

## 【化2】



【0008】第二に、上記構造式(1)で示される繰り返し単位を有するポリイミドを熔融紡糸及び熱延伸する工程1と、工程1で得られたポリイミド繊維をカットして短繊維化する工程2と、工程2で得られたポリイミド短繊維を分散媒に分散させてスラリー化する工程3と、工程3で得られたスラリーにせん断力をかけてポリイミド短繊維に枝分れ構造を発現させる工程4とを含んで構成されることを特徴とする請求項1に記載の抄造用ポリイミド繊維の製造方法を要旨とする。

★ド短繊維に枝分れ構造を発現させる工程4とを含んで構成されることを特徴とする請求項1に記載の抄造用ポリイミド繊維の製造方法を要旨とする。

【0009】第三に、上記の抄造用ポリイミド短繊維を用いてなる抄造物を要旨とする。

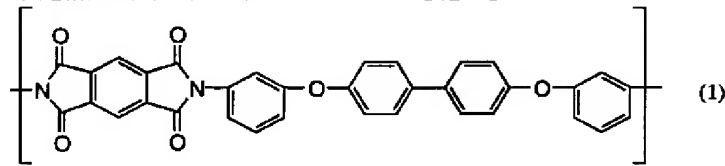
## 【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。  
本発明の抄造用ポリイミド短繊維は、短繊維を形成する  
ためのポリイミドとして、下記構造式(1)で示される\*

\*ポリイミドからなるものである。

【0011】

【化3】



【0012】当該ポリイミドは結晶性かつ熱可塑性のポリイミドであり、以下の利点がある。まず、結晶性であるため、結晶化させたポリイミド短繊維にせん断力を加えることにより、枝分かれ構造を具備させやすい。また、熱可塑性であるため熔融紡糸による繊維化が可能であることはもとより、抄造物とした後に適当な条件で加熱することにより、熱接着効果を発揮して抄造物の強度をより増大させることが可能になる。そのため、本発明に上記ポリイミドを用いるのである。このようなポリイミドの具体例としては、例えば、三井化学株式会社製「オーラム」(商品名)が市販されており、このものは、DSC法によるガラス転移点が250℃、融点が388℃という特性を有している。

【0013】本発明の抄造用ポリイミド短繊維は、その繊維形状において枝分かれ構造を有するものであるが、繊維長としては、3～15mmが好ましい。3mm未満では、抄造物の強度が不足する傾向にあり、一方、15mmを超えると均一な抄造を行なうのが難しいので好ましくない。ここでいう繊維長とは、枝分かれ構造を有する短繊維において通常最も長く取り得る繊維長、換言すれば短繊維の幹にあたる部分の長さのことであり、例えば図1に示すような形状の短繊維においては、端部Aから端部Bまでの繊維長である。後述する本発明の製造方法によって得られる本発明の短繊維の場合には、枝分かれ構造を発現させる前の段階でのカットされた短繊維の繊維長がここでいう繊維長となる。また、繊維径としては、3～30μmが好ましい。3μm未満では、抄造物の強度が不足したり、湿式抄造時の水抜けが悪くなる傾向にあるので好ましくない。一方、30μmを超えると、均一な抄造を行なうのが難しいので好ましくない。ここでいう繊維径とは、枝分かれ構造を有する短繊維において最も太い部分の繊維径である。

【0014】本発明においては、抄造用短繊維における枝分かれ構造を、その分岐点の数で表わす。例えば図1及び図2において、短い矢印で示した箇所(P)が分岐点であり、図1に示すものは分岐点が6個、図2に示すものは分岐点が2個である。分岐点が多いほど短繊維同士が絡みやすい傾向にあり、本発明の目的を達するためには、分岐点が4個以上であることが必要であり、10個以上であることがより好ましい。

【0015】次に、第二発明である抄造用ポリイミド短

10※繊維を製造する方法について説明する。本発明の製造方法は、工程1～工程4の4つを必須の工程として構成されるものである。以下、各工程に分けて説明する。

【0016】工程1

工程1は、上記構造式(1)で示される繰り返し単位を有するポリイミドを熔融紡糸及び熱延伸する工程である。本発明に用いるポリイミドは、上記したように熱可塑性を有する結晶性ポリイミドからなるポリイミド繊維であるため、ポリイミドを熔融紡糸することができ、さらに熱延伸することにより結晶化及び分子配向の進んだポリイミド繊維とすることができる。この際の熱延伸としては、ポリイミド樹脂のガラス転移点以上の温度で行なうことが好ましく、また、延伸倍率を上げるほど結晶化及び分子配向が進む傾向にある。

【0017】結晶化及び分子配向の程度としては、X線回折法により測定される結晶化度が15%以上、さらには25%以上であることが好ましく、また、結晶部の配向度としては、80%以上であることが好ましい。そのような結晶化の進んだポリイミド繊維は、後の工程でせん断応力を加えた際に枝分かれしやすいものとなるので好ましい。さらにいえば、結晶化の進んだポリイミド繊維は、結晶化の進んでいないポリイミド繊維に比べて熱収縮が小さく、加熱冷却に伴う寸法変化が小さいので、抄造物もしくはそれから得られる成形品の高温下における寸法安定性が向上するという利点もある。

【0018】工程1により熔融紡糸及び延伸して得られるポリイミド繊維の繊維径としては、3～30μmが好ましい。このときの繊維径が本発明の抄造用ポリイミド短繊維の繊維径となり得る。なお、熔融紡糸及び熱延伸のための方法としては、特に限定されるものではなく、公知の熔融紡糸装置、延伸装置を用いて行なえばよい。

【0019】工程2

工程2は、工程1で得られたポリイミド繊維をカットして短繊維化する工程である。工程2において、ポリイミド繊維をカットする方法としては、特に限定されるものではないが、例えばスライバー状に束ねたポリイミド繊維をカッターで所望のカット長に切断することにより行なうことができる。工程2で得られるポリイミド短繊維の繊維長、すなわちカット長としては、3～15mmが好ましく、このときのカット長が本発明の抄造用ポリイミド短繊維の繊維長となり得る。

## 【0020】工程3

工程3は、工程2で得られたポリイミド短繊維を分散媒に分散させてスラリー化する工程である。分散媒としては、水が好ましく用いられる。分散を良好にするために、例えばポリエステル系重合体からなる分散剤を加えてもよい。スラリー中のポリイミド短繊維の濃度としては、0.1～5.0質量%が好ましく、0.1～1%がより好ましい。0.1%未満では濃度が低すぎるために、後の工程4においてスラリー中のポリイミド短繊維にせん断力が有効に作用せず、枝分かれ構造を付与する10のが困難になるので好ましくなく、また、せん断力をかけるのにリファイナを用いた場合にリファイナをの刃を損傷する可能性もあるので好ましくはない。一方、5.0質量%を超えると、濃度が高すぎるために短繊維が密集しており、この場合もせん断力が有効に作用しない傾向にあるので好ましくない。なお、スラリー化の方法としては特に限定されるものではなく、公知の攪拌槽、攪拌装置を用いて行なえばよい。

## 【0021】工程4

工程4は、工程3で得られたスラリーにせん断力をかけて20ポリイミド短繊維に枝分れ構造を発現させる工程である。スラリーにせん断力をかける方法としては、特に限定されるものではないが、リファイナによる叩解を行なう方法によるのが好ましい。リファイナを用いず、ビーターによる叩解を行なうこともできるが、リファイナの方が効率がよい。リファイナとしては、シングルディスク型、ダブルディスク型、マルチディスク型のいずれのリファイナを用いてもよい。なお、工程3で得られた短繊維の形状において、繊維長が3～15mm、繊維径が3～30μmであることは、スラリー中での分散性や、リファイナでのせん断性という点を考慮した場合にも好ましい態様であるといえる。

【0022】工程4の好ましい態様を、シングルディスクリファイナを用いる場合を例にとって説明する。工程3で得たスラリーを送液ポンプによりリファイナに送液し、リファイナによるせん断力をかける処理を繰り返して行なうものである。すなわち、リファイナの処理部は、通常は円形の固定刃と回転刃とが対向していて、この間のクリアランスを調節して回転刃を回転させつつ、この間にスラリーを通過させて処理するものであるが、スラリーをポンプ等で循環させることにより何度30か繰り返して通過させて処理するのである。

【0023】その繰り返回数としては、リファイナの大きさや処理能力、上記クリアランスの大きさ、回転刃の回転数等の運転条件、あるいは繊維の径や長さ、スラリー濃度等の各条件によって異なり、当該条件下で適宜サンプリングしつつ実験的に決定することができる。この回数が少なすぎるとポリイミド短繊維に枝分れ構造を発現させる効果が十分に得られないが、一方、枝分れ構造が十分に発現してから必要以上に回数を増しても、50

それ以上に枝分かれ構造が発達することはあまり期待できない。そのような点から、本発明者らの知見では、適当な条件を選択することにより、10～40回行なうのが好ましい。なお、固定刃と回転刃との間のクリアランスとしては、大きすぎると処理効果が悪くなり、一方、小さすぎると刃を傷めるおそれもあるが、本発明者らの知見では、0.1～0.5mmが好ましい。

【0024】以上説明した4つの工程を行なう本発明の製造方法により、本発明の抄造用ポリイミド短繊維を製造することができる。次に、本発明の抄造用ポリイミド短繊維を用いてなる抄造物について説明する。本発明の抄造用ポリイミド短繊維は、相互に絡みやすい枝分かれ構造を有しているので、別途パルプ状の成分を特に添加することを要さず、従来公知の抄造方法により、地合いが良好で機械的強度にも優れた抄造物とすることができる。もっとも、抄造物の使用目的に応じて許容される範囲内で、別途パルプ状の成分や、抄造用助剤を併用することは一向に差し支えない。

【0025】本発明の抄造物の好ましい製造方法である湿式抄造法について以下に説明する。湿式抄造法は、乾式に比べて地合いが向上するので好ましい。湿式抄造法に用いる湿式抄造装置としては、特に限定されるものではなく、公知の抄紙機等を用いればよいが、具体的に例示すれば、円網式湿式抄紙機、短網式湿式抄紙機、短網傾斜式湿式抄紙機、長網傾斜式湿式抄紙機等が挙げられる。これらの湿式抄造装置には、熱風式、接触式もしくは輻射式の乾燥機が併設されていることが好ましい。

【0026】湿式抄造を行う工程としては、上記した本発明の抄造用ポリイミド短繊維と必要に応じて配合される他の成分とを水等の分散媒と混合し、パルパー等を用いて均一に分散させて抄造用スラリーを調製し、上記のような湿式抄造装置を用いて湿式抄造した後乾燥することにより、本発明の抄造物を短繊維不織布として得ることができる。なお、抄造物の機械的強度を向上させる目的で、あるいは複合材料のプリプレグとする等の目的で、抄造物にポリイミド前駆体やエポキシ樹脂等を含むエマルジョン又は溶液を含浸もしくはスプレーする場合には、湿式抄造装置の抄造部と乾燥部との間に含浸装置やスプレー装置等を設けて行えばよい。このときのポリイミド前駆体とは、本発明の抄造用ポリイミド短繊維を構成するポリイミドと同じポリイミドの前駆体である必要はない。

【0027】上記の工程によって湿式抄造された本発明の抄造物は、通常高い空隙率を有しており、枝分かれ構造を有するポリイミド短繊維の絡み合いによりある程度の機械的強度を備えてはいるが、後に使用される際の加工条件等によっては、より強い強度が求められる場合がある。そこで、抄造物の強度をより向上させるべく、加熱加圧することが好ましく行われる。本発明の抄造物を構成するポリイミド短繊維は、既に述べたように熱可塑

性ポリイミドからなるものであるため、加熱加圧処理による熱接着が可能であり、飛躍的に強度を向上させることができるのである。

【0028】上記の目的で加熱加圧する際の加熱温度としては、本発明の抄造用ポリイミド短繊維を形成する主たるポリイミドのガラス転移点以上の温度とする。加熱温度が当該ガラス転移点未満の温度であると、機械的強度特性を向上させる効果が得られない。同時に、加熱温度としては、当該ポリイミドの融点以下の温度が好ましく、特に融点より10℃以上低い温度であることが好ましい。加熱温度が当該ポリイミドの融点を超えると、ポリイミド短繊維同士が極度に融着してしまい、不織布等の抄造物としての性能を期待できなくなるおそれがあるので好ましくない。また、加熱加圧する際の加圧圧力としては、特に限定されるものではないが、加圧圧力が高いほど得られるポリイミド不織布の気孔率が減少する傾向にあり、本発明では通常0.05～1.0MPa程度の加圧圧力を採用すればよい。

【0029】上記のような加熱加圧を行う装置としては、特に限定されるものではなく、従来公知の加熱プレス装置等を用いればよいが、長尺の不織布を連続的に加熱加圧できるという点から、カレンダーロール装置や、対向する一対の金属製のベルト間で加熱プレスの行えるダブルベルトプレス装置等が好ましく用いられる。

【0030】以上説明したように本発明の抄造用ポリイミド短繊維を用いることにより、地合いが良好で機械的強度にも優れた抄造物が得られ、抄造物の種類を選ばないが、上記の利点を大いに発揮できるのは、目付けが100g/m<sup>2</sup>以下、特に15～80g/m<sup>2</sup>以下という薄手のポリイミド不織布もしくはポリイミド紙であり、薄手でも地合いが良好で破れにくいものを得ることができる。

#### 【0031】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明する。なお、実施例において、ポリイミド抄造物にスプレーするポリイミド前駆体水溶液としては、次の方法で調製したものをを用いた。

#### ・ポリイミド前駆体水溶液の調製方法

室温下約20℃にて、水1520gおよびトリエチルアミン188gからなる溶媒に3', 4', 4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸333.6g(0.931mol)を加えて懸濁させたのち、懸濁液を攪拌しながら、m-キシレンジアミン126.8g(0.931mol)を15分かけて徐々に加えた。この時、m-キシレンジアミンの添加による発熱が見られたので20℃に保温した。m-キシレンジアミンをすべて添加し終わった後、しばらくすると塩が形成され、懸濁液は褐色の均一

溶液となってポリイミド前駆体水溶液が得られた。このポリイミド前駆体水溶液の濃度は20質量%であり、20℃における溶液粘度は0.3ポイズであった。なお、上記の溶液中のポリイミド前駆体を閉環して得られるポリイミドのDSC測定によるガラス転移点は230℃であった。

#### 【0032】実施例1～3

ポリイミド繊維を形成するためのポリイミドとしては、熱可塑性を有する結晶性ポリイミド樹脂(三井化学製「オーラムPL450」、DSC測定によるガラス転移点250℃、同じく融点387℃)を用いた。このポリイミドを400℃に加熱して熔融させ、紡糸速度500m/minで熔融紡糸し、温度300℃、延伸倍率2.5倍で加熱延伸することにより、繊維径15μmの結晶化させたポリイミド繊維を得た。このポリイミド繊維の結晶化度をX線回折法により測定したところ、結晶化度は30%。結晶部の配向度は90%であった。このポリイミド繊維を繊維長5mmにカットして、ポリイミド短繊維を得た。次に、水60リットル中に上記のポリイミド短繊維を実施例1, 3では600g、実施例2では300g及び分散剤としてポリエステル系重合体エマルジョン(松本油脂製薬株式会社製EN-500、固形分濃度25%)を実施例1, 3では6g、実施例2では3g投入し、1分間攪拌することにより、枝分かれ構造を発現させるためのリファイナー処理用スラリーとした。そして、このリファイナー処理用スラリーを、シングルディスク型リファイナー(熊谷理器製、固定刃及び回転刃の直径300mm)を使用して、下記表1に示す条件で、スラリーを循環させつつリファイナー処理部を通過させる処理を行なうことにより、ポリイミド短繊維に枝分かれ構造を発現させて、本発明の抄造用ポリイミド短繊維を得た。

#### 【0033】比較例1～3

リファイナー処理用スラリーの濃度及びリファイナー処理条件を下記表1に示すように変更する以外は、実施例1～3と同様にして行なった。

【0034】実施例1～3及び比較例1～3のリファイナー処理条件を下記表1に示す。なお、表1中のクリアランスとは、リファイナーの固定刃と回転刃との間のクリアランスをいう。また、繰返し回数とは、スラリーの循環時間(分)と循環ポンプの送液能力(リットル/分)を乗じて得られるスラリーの延べ処理量(リットル)を、実際に処理したスラリーの量(リットル)で除することにより求めた、リファイナー処理の繰返し回数のことである。

#### 【0035】

#### 【表1】

	スラリー濃度 (質量%)	クリアランス (mm)	スラリー循環時間 (分)	繰り返し回数 (回)
実施例1	1.0	0.15	40	48
実施例2	0.5	0.15	40	48
実施例3	1.0	0.10	40	48
比較例1	0.1	0.15	40	48
比較例2	1.0	0.50	40	48
比較例3	1.0	1.00	40	48

## 【0036】実施例4、5及び比較例4、5

シングルディスクリファイナーの代わりにダブルディスクリファイナー（相川鉄工所製AW-1400）を使用して、下記表2に示す条件でリファイナー処理を行なう以外は、実施例1～3と同様に行なった。なお、クリアランスについては、当該リファイナーが油圧によりクリアランスの調整を行なう形式のもの（クリアランスの設定値を読み取る目盛りがついていない）であったため、\*

\*実施例1、2の場合と同程度（約0.15mm）のクリアランスとなるよう油圧を調整（油圧ゲージ表示値50kg/cm<sup>2</sup>）して行なった。

## 【0037】比較例6

リファイナー処理を全く行なわないこと以外は、実施例1と同様に行なった。

## 【0038】

## 【表2】

	スラリー濃度 (質量%)	スラリー循環時間 (分)	繰り返し回数 (回)
実施例4	1.7	20	24
実施例5	1.7	30	36
比較例4	1.7	10	12
比較例5	1.7	40	48
比較例6	1.0	—	—

【0039】上記の実施例1～5で得られた本発明の抄造用ポリミド短繊維並びに比較例1～6で得られた比較用のポリミド短繊維について、枝分かれ構造を評価した結果を表3に示す。なお、枝分かれ構造の評価としては、繊維長5mmの短繊維1本あたりの分岐点の個数を、倍率500倍の実体顕微鏡により、各10本について観察して計数した値の平均値を算出し、以下の基準に※

※より評価した。

◎：分岐点10個以上

○：分岐点4～9個

×：分岐点0個を超え3個以下

××：分岐点0個

## 【0040】

## 【表3】

	分岐点の数 (個)	評価
実施例1	12	◎
実施例2	7	○
実施例3	8	○
実施例4	5	○
実施例5	6	○
比較例1	3	×
比較例2	3	×
比較例3	2	×
比較例4	2	×
比較例5	3	×
比較例6	0	××

## 【0041】実施例6

実施例1で得られた抄造用ポリミド短繊維を用いて、次のようにして短繊維不織布を製造した。50℃の温水500ml中に、分散剤としてポリエステルポリエーテル共重合エマルジョン（松本油脂製薬株式会社製EN-500、固形分濃度25%）50gを加え1分間攪拌させたものを、攪拌槽内の水5m<sup>3</sup>中に添加して攪拌混合することにより、ポリエステルポリエーテル共重合体の含有率が2.5×10<sup>-4</sup>質量%である分散媒を得た。この分散媒に抄造用ポリミド短繊維を2.5Kg投入して30分間攪拌混合することにより、ポリミド短繊維を0.05質量%含有する抄造用スラリーを得た。このときのポリミド短繊維の分散性は良好であ

★り、発泡もごく少なかった。

【0042】この抄造用スラリーを用い、傾斜式連続抄紙機（齊藤鐵工株式会社製）で抄造し、引き続きスプレーガンを用いて、前述したポリミド前駆体水溶液（濃度10質量%となるように水で希釈したもの）をスプレーして含浸させた。このとき、ポリミド前駆体（固形分）の質量がポリミド不織布を構成する抄造用ポリミド短繊維の乾燥重量に対して10%となるように設定した。引き続き、抄紙機に付属の循環透過型熱風乾燥機（井上金属株式会社製）にて乾燥（140℃×2分間）してロール状に巻き取るることにより、長尺のポリミド不織布（幅62cm）を得た。さらに上記で得られたポリミド不織布の機械的強度を増す目的で、連続プレス機

(ダブルベルトプレス; サンドビック社製)を用いて線圧196N/cm(面圧約0.08MPaに相当すると考えられる)の加圧条件で、240℃×2分間、300℃×5分間の条件で連続的に加熱し、引き続き約5分間冷却するという連続的な工程により、加熱加圧処理を行った。これにより、目付けが70g/m<sup>2</sup>で、強度に優れたポリイミド不織布を得た。

#### 【0043】実施例7

抄造用ポリイミド短繊維として、実施例2で得られたものを用いること以外は、実施例6と同様に行なった。

#### 【0044】比較例7

本発明の抄造用ポリイミド短繊維の代わりに、比較例5のポリイミド短繊維を用いること以外は、実施例6と同様に行なった。

#### 【0045】比較例8

本発明の抄造用ポリイミド短繊維の代わりに、比較例6のポリイミド短繊維を用いること以外は、実施例6と同様に行なった。

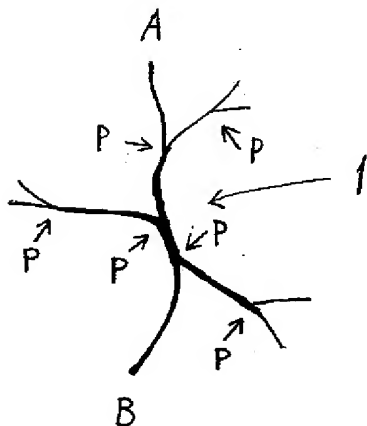
【0046】実施例6、7及び比較例7、8で得られたポリイミド不織布について、両耳部1cmずつをカットして幅60cmとし、さらに長さ20cmに裁断して得られた60×20cmの試料について、さらに5cm角に裁断した48個の小片に細分化してそれぞれの質量を測定することにより、細分化した小片毎に算出した目付けのばらつきを評価した結果を下記表4に示す。

#### 【0047】

【表4】

	目付け分布 (g/m <sup>2</sup> )
実施例6	70±3
実施例7	70±5
比較例7	70±10
比較例8	70±10超

【図1】



【0048】以上の結果から明らかなように、本発明の抄造用ポリイミド短繊維は、互いに絡みやすい枝別れ構造を有しており、枝分かれ構造が顕著なほど、すなわち分岐点の個数が多いほど、これを用いて得られる不織布の目付けのばらつきが小さくなり、地合いが向上しており、機械的強度にも優れた破れにくいものであった。これに対して、比較用のポリイミド短繊維は、枝分かれに乏しい構造のため、不織布とした場合の目付けのばらつきが大きくて地合いの良好さが劣り、さらに、熱処理前においては、繊維の脱落が見られ、破れやすいものであった。

#### 【0049】

【発明の効果】本発明の抄造用ポリイミド短繊維は、相互に絡みやすい枝別れ構造を有しているので、目付けの小さな薄手の不織布を抄造するのに使用しても目付けのばらつきが小さく地合いの良好なものが得られる。したがって、そのような本発明の抄造用ポリイミド短繊維を用いた本発明の抄造物は、ポリイミドプリント基板用途や航空用ハニカムコア、さらに絶縁紙用途等に最適である。また、本発明の製造方法によれば、そのようなポリイミド短繊維を簡便に製造できる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】ポリイミド短繊維の形状を説明するための模式図である。

【図2】ポリイミド短繊維の形状を説明するための模式図である。

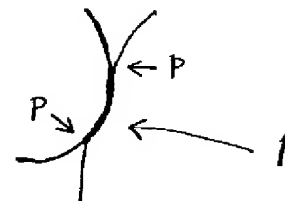
#### 【符号の説明】

1……ポリイミド短繊維

A, B……ポリイミド短繊維の端部

P……分岐点

【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 伊藤 顕  
京都府宇治市宇治小桜23番地 ユニチカ株  
式会社中央研究所内

F ターム(参考) 4L055 AF34 AF44 AF46 AG82 AH20  
AH33 BB03 EA15 FA09 GA01  
GA02 GA37 GA39 GA50



**PAT-NO:** JP02003342892A  
**DOCUMENT-IDENTIFIER:** JP 2003342892 A  
**TITLE:** SHEET-MAKING  
POLYIMIDE SHORT  
FIBER, METHOD FOR  
PRODUCING THE SAME,  
AND SHEETED PRODUCT  
**PUBN-DATE:** December 3, 2003

**INVENTOR-INFORMATION:**

<b>NAME</b>	<b>COUNTRY</b>
YAMADA, YOSHIHISA	N/A
FURUKAWA, MIKIO	N/A
TOMA, KATSUYUKI	N/A
ITO, AKIRA	N/A

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

<b>NAME</b>	<b>COUNTRY</b>
UNITIKA LTD	N/A

**APPL-NO:** JP2002154993

**APPL-DATE:** May 29, 2002

**INT-CL (IPC):** D21H013/26 , D21D001/20 ,  
D21H015/02

**ABSTRACT:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a sheet-making polyimide short fiber capable of being easily entangled in each other and therefore suitable for sheet making, so that a polyimide sheeted product having good formation is obtained, even when the sheeted product of a thin gage, such as a nonwoven fabric and paper, is produced from the polyimide short fiber, to provide a method for producing the same, and to provide the polyimide sheeted product.

**SOLUTION:** The sheet-making polyimide short fiber is made of a polyimide having repeating units expressed by formula (1), wherein the fiber has such a structure in its fiber form that its ramification point is ramified into four or more chains.

**COPYRIGHT:** (C)2004,JPO